

PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT DE SULFATE DE PLOMB**Publication number:** BE877108**Publication date:** 1979-10-15**Inventor:****Applicant:** ASUA IND QUIM**Classification:****- international:** *C01B25/163; C01G21/00; C01G21/20; C07C51/41; C07C53/126; C01B25/00; C01G21/00; C07C51/41; C07C53/00; (IPC1-7): C01G; C07F; C08K***- European:** C01B25/163; C01G21/00; C01G21/20; C07C51/41B; C07C53/126**Application number:** BE19790195845 19790620**Priority number(s):** ES19780471012 19780621**Also published as:**

ES471012 (A)

Report a data error here

Abstract not available for BE877108

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

N° 877.108

Classif. Internat.: C 01 G / C 07 F / C 08 K

Mis en lecture le: 15 -10- 1979

Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 20 juin 1979 à 14 h. 35

au Service de la Propriété Industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite : INDUSTRIAL QUIMICA DE ASUA,
S.A.,

etra. Sangroniz, 20, Sondica, (Bilbao), (Espagne),

repr. par le Cabinet Bede à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Procédé d'obtention de sels de plomb en
partant de sulfate de plomb,

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées en Espagne le 21 juin 1978, n° 471.012 et le
21 décembre 1978, n° 476.231.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêt demeure joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 13 juillet 1979.

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE:

E. SALPÊTEUR
Directeur

877108

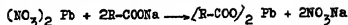
791 069

La société dite : INDUSTRIAL QUIMICA DE ASUA, S.A.
à Sondica (Bilbao)
(Espagne)

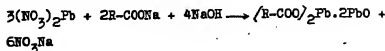
Procédé d'obtention de sels de plomb en partant de sulfate de
plomb.

C.I. : Demandes de brevets espagnols n° 471.012 déposée le
21 juin 1978 et n° 476.231 déposée le 21 décembre 1978.

- 1) a) Exemple organique neutre :



- b) Exemple organique basique :



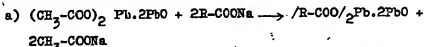
- c) Exemple inorganique :



Dans ces réactions on part du nitrate de plomb.

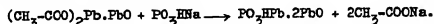
- 2) En partant de l'acétate de plomb, les réactions sont similaires à celles qui sont décrites au paragraphe précédent.

3) Quand on utilise l'acétate dibasique de plomb comme substance initiale, les réactions sont les suivantes :

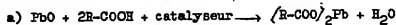


R étant un radical alkylique ou arylique. La réaction précédente correspond à un exemple organique

- b) Exemple inorganique :



- 4) Si on utilise le PbO comme substance initiale, les réactions sont :



cette réaction correspondant à un exemple organique neutre.



cette réaction correspondant à un exemple organique basique.



cette réaction correspondant à un exemple inorganique basique.

Comme on le sait, pour l'exploitation du plomb contenu dans les résidus industriels (poudre Cottrell de

1 grillage de pyrites, boues de chambres de l'industrie de
 l'acide sulfurique, boues résiduelles de l'industrie du
 zinc à partir de blendes, etc. etc.), le procédé optimal
 du point de vue chimique et économique se caractérise,
 5 essentiellement, par les phases suivantes, déjà décrites
 dans les brevets espagnols numéros 315.792, 341.738 et
 434.157, exploités par la demanderesse.

12) Transformation de la matière première en un
 10 substance aqueuse dont les solides ont une dimension ma-
 ximale de 150 microns.

22) Lavage aqueux de la suspension indiquée au
 paragraphe précédent, pour éliminer les substances solu-
 bles.

15 32) Dissolution du $PbSO_4$ (sulfate de plomb), pr
 sent dans la matière première, au moyen de solutions con-
 centrées, chaudes et acides, de chlorure sodique.

42) Récupérations du Pb^{++} dissous, à l'état
 d'oxychlorure de plomb impur.

20 52) Traitement de l'oxychlorure précédent avec
 l'acide sulfurique en excès, ce qui permet d'obtenir com-
 produit final un sulfate de plomb techniquement pur, à
 l'état de suspension.

Le sulfate de plomb ainsi obtenu est alors tra-
 25 formé en litharge, c'est-à-dire en PbO , et à partir de l
 litharge on peut obtenir les sels de plomb classiques
 utilisés comme stabilisateurs de résines vinyliques, car
 il est indiqué au paragraphe 4 de la page 2.

Comme nous l'avons dit au commencement, la
 30 présente invention permet d'obtenir les sels de plomb

ART 108

1 désirés en partant directement du sulfate de plomb provenant des industries et processus industriels mentionnés plus haut et, par conséquent, on élimine la transformation préalable du sulfate de plomb en litharge ou oxyde de
5 plomb, avec les avantages correspondants du point de vue économique et de la facilité d'adaptation aux besoins industriels.

Les produits qui peuvent être obtenus par ce procédé sont principalement, mais non exclusivement :

- 10 - Carboxylates de plomb neutres
 - Carboxylates dibasiques de plomb
 - Phtalate dibasique de plomb
 - Isophtalate tribasique de plomb
 - Phosphite dibasique de plomb
15 - Sulfite dibasique de plomb
 - Phosphite dibasique de plomb
 - Salicylate dibasique de plomb
 - Maléate tribasique de plomb.
 - Coprécipités de deux ou plusieurs composants choisis

20 parmi ceux qui sont mentionnés plus haut.

Le terme "carboxylate" signifie des anions organiques d'acides gras de 6 à 20 atomes de carbone.

25 Dans la pratique industrielle, on part d'une substance aqueuse de sulfate de plomb, à une température comprise entre 10 et 100 °C et sous agitation, à laquelle on ajoute en premier lieu, et en quantité stoechiométrique, selon le produit final désiré, un acide organique ou inorganique, suivi de l'addition d'un hydroxyde ou d'un oxyde alcalin, également en proportion stoechiométrique au produit
30 final désiré.

1 Le procédé peut être également réalisé en partant
d'une solution aqueuse, neutre ou alcaline (selon la
basicité du produit final désiré) d'un acide organique ou
inorganique, à 10-100°C, sous agitation, à laquelle on
5 ajoute une suspension aqueuse de sulfate de plomb, en quan-
tité stoechiométrique selon le produit final désiré.

Lorsque l'on désire un sel dibasique de plomb, on
transforme préalablement une solution de sulfate de plomb
en sulfate dibasique de plomb lequel, lavé ou non, est
10 traité, sous agitation, à 10-100°C, avec une solution
aqueuse, neutre, obtenue par la réaction d'un acide organi-
que ou inorganique avec un hydroxyde ou un oxyde alcalin,
tous deux en quantité stoechiométrique selon le produit
final désiré.

15 Si on désire un sel tribasique de plomb, on trans-
forme préalablement une suspension aqueuse de sulfate de
plomb en sulfate tribasique de plomb, lequel, lavé ou non,
est traité, sous agitation, à 10-100°C, avec une solu-
tion aqueuse neutre, obtenue par la réaction d'un acide
20 organique ou inorganique, avec un hydroxyde ou un oxyde al-
calin, tous deux en quantités stoechiométriques, selon le
produit final désiré.

Si l'on désire obtenir un mélange de deux ou plus
sels de plomb, neutres ou basiques, organiques ou inorga-
25 niques, on peut utiliser tous les procédés décrits plus
haut.

Les exemples qui sont donnés dans ce qui suit
sont représentatifs de la facilité d'adaptation de l'inven-
tion du fait que, pour obtenir le même produit final,
30 c'est-à-dire le stéarate dibasique de plomb, on utilise

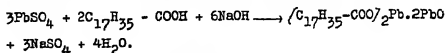
1 quatre techniques différentes, ces mêmes techniques étant applicables à l'obtention de n'importe lequel des sels indiqués plus haut.

Exemple 1

- 5 a) A 4 litres d'une suspension aqueuse de $PbSO_4$, qui contient 75,80 grammes de sulfate de plomb par litre, à 90°C, sous agitation, on ajoute 186,66 g d'acide stéarique.
- b) Après la fusion de l'acide stéarique, on ajoute lentement 160 g de lessive de soude à 50% de NaOH.
- 10 c) Au bout d'une heure et demie, sous agitation, à 90-100°C la réaction prend fin, ce qui est indiqué par la disparition du stéarate sodique dans l'eau.
- d) On réalise un filtrage, suivi d'un lavage aqueux en utilisant environ 10 litres d'eau par kg de solides, après
- 15 quoi on sèche et on triture.
- L'analyse indique 50,95% de Pb (valeur théorique 51,30% de Pb.).

Le produit obtenu est fondamentalement du stéarate dibasique de plomb à 99% de pureté.

20 La réaction de cet exemple est la suivante :



Exemple 2

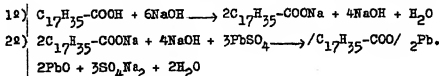
- 25 a) On prépare une solution aqueuse de stéarate sodique alcalin, constituée par 3,5 litres d'eau à 90-100°C, 186,66 d'acide stéarique et 160 g de lessive de soude à 50%.
- b) A la dissolution précédente, sous agitation, on ajoute lentement 0,5 litres d'une suspension aqueuse de $PbSO_4$ contenant 605,4 g de sulfate de plomb par litre, à la température
- 30 ambiante.

9

877 108

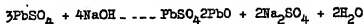
- 1 c) Au bout d'une heure et demie, sous agitation, à 90-100°C, la réaction prend fin et l'on obtient un produit final qui, traité comme il est indiqué dans l'exemple 1, contient au moins 99,3% de stéarate dibasique de plomb.

5 Les réactions de cet exemple sont les suivantes :



Exemple 3

- 10 a) A 1010,7 g d'une suspension aqueuse, à température ambiante, sous agitation, contenant 303,21 g de $PbSO_4$ on ajoute, petit à petit, 106,66 g de lessive de soude à 50%, et on obtient la transformation suivante :



- 15 b) Dans un récipient séparé, on prépare une solution aqueuse de stéarate sodique neutre, constituée par 3,25 litres d'eau à 85°C, 186,66 g d'acide stéarique et 53,34 g de lessive de soude à 50%.

- 20 c) A la phase a) sous agitation, et après avoir chauffé à 85-90°C, on ajoute la solution savonneuse b).

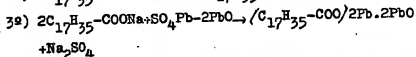
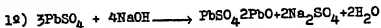
d) La transformation dure 1 heure et demie et le produit obtenu, après filtrage, lavage et séchage, est constitué principalement par du stéarate dibasique de plomb, d'une pureté de 99% approximativement.

Exemple 4

- 25 a) Comme dans l'exemple 3
- b) Le produit intermédiaire, $PbSO_4.2PbO$ est filtré et lavé dans le but d'éliminer le Na_2SO_4 , et il est ensuite mélangé avec de l'eau de façon à obtenir 1050 g de suspension
- 30 contenant 249,90 g de $PbSO_4.2PbO$.

1 Les opérations suivantes sont exactement les mêmes que dans l'exemple 3, et l'on obtient un produit final dont la pureté est supérieure à celle des exemples précédents.

5 4 sont les suivantes :



10 Dans ce qui suit on donne deux exemples représentatifs du procédé utilisant comme produit initial du sulfate de plomb, transformé préalablement en sulfate tribasique de plomb ou en sulfate tétrabasique de plomb.

15 a) A 1336,2 g d'une suspension aqueuse de PbSO_4 , contenant 30% de PbSO_4 , à la température de 10 à 80°C, on ajoute lentement, de façon à ne jamais dépasser un pH de 8, une quantité de 158,64 g de lessive alcaline de NaOH à 50%.

20 b) Le produit obtenu, SULFATE TRIBASIQUE DE PLOMB, est filtré et lavé ensuite avec un rapport eau/solides de 10/1 au maximum.

c) La galette est lavée et mélangée de nouveau avec de l'eau, avec une richesse de 17% de solides, et on la chauffe à 80°C.

25 d) A la bouillie précédente on ajoute une solution aqueuse qui contient 36,13 g de PO_3H_3 et 26,44 g de NaOH, contenant 150 g par litre de PO_3H_3 .

30 e) Lorsque l'addition a pris fin, la transformation s'effectue à 90-100°C, en 0,2 à 1,5 heures, et l'on obtient un produit final qui, filtré et lavé, consiste en $\text{PO}_3\text{HPb} \cdot 2\text{PbO} \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$.

Exemple 2

1

a) A 1336,2 grammes d'une suspension aqueuse de $PbSO_4$ contenant 30% de $PbSO_4$, à la température de 10 à 80°C, on ajoute lentement, de façon à ne jamais dépasser

5

un pH de 8, une quantité de 158,64 grammes de lessive alcaline de NaOH à 50%.

b) Le produit obtenu, SULFATE TETRABASIQUE DE PLOMB, est filtré et il est lavé ensuite dans une solution eau/solides de 10/1 au maximum.

10

c) La galette lavée est mélangée avec de l'eau avec un contenu de 17% de solides et chauffée à 80°C.

d) A la bouillie précédente on ajoute une solution aqueuse qui contient 36,13 g de PO_3H_3 et 21,15 g de NaOH, à raison de 150 g/litre de PO_3H_3 .

15

e) Après cette addition, la transformation s'effectue à 90-100°C en 0,2-1,5 heures, et l'on obtient un produit final qui, filtré et lavé, consiste en $PO_3HPb.2PbO.0,5 H_2O$.

REVENDICATIONS

20

1.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT DE SULFATE DE PLOMB, qui peuvent être neutres ou basiques, organiques ou inorganiques, caractérisé essentiellement en ce que l'on utilise comme matière initiale une suspension aqueuse de sulfate de plomb, à 10-100°C, sous agitation, à laquelle on ajoute en premier lieu, et en quantité stoechiométrique selon le produit final désiré, un acide organique

25

ou inorganique, après quoi on ajoute un hydroxyde ou un oxyde alcalin, également en proportions stoechiométriques au produit final désiré.

30

2.-PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT

- 1 DE SULFATE DE PLOMB, caractérisé en ce que la suspension
aqueuse de SULFATE DE PLOMB est transformée, au moyen d'un
alcali, en SULFATE TRIBASIQUE DE PLOMB, lequel, après éli-
mination du sulfate alcalin par lavage, est traité, à
5 10-100°C, avec les quantités stoechiométriques d'un acide
organique ou inorganique et d'un hydroxyde alcalin, ces
quantités stoechiométriques étant mélangées préalablement,
ou ajoutées séparément, selon le produit final désiré.

- 3.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT
10 DE SULFATE DE PLOMB, caractérisé en ce que la suspension
aqueuse de sulfate de plomb est transformée, au moyen d'un
alcali, en SULFATE TETRABASIQUE DE PLOMB, lequel, après
élimination du sulfate alcalin par lavage, est traité à
10-100°C, avec les quantités stoechiométriques d'un acide
15 organique ou inorganique et d'un hydroxyde alcalin, ces
quantités stoechiométriques étant mélangées préalablement
ou ajoutées séparément, selon le produit final désiré.

- 4.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT
DE SULFATE DE PLOMB, selon la revendication 1, caractérisé
20 en ce que la suspension aqueuse de sulfate de plomb peut
également être ajoutée à une solution aqueuse, neutre ou
alcaline, d'un acide organique ou inorganique, à 10-100°C,
sous agitation, le tout en quantités stoechiométriques
selon le produit final désiré.

- 5.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PARTANT
DE SULFATE DE PLOMB, selon la revendication 1, caractérisé
en ce que lorsque l'on désire un sel dibasique de plomb,
une suspension aqueuse de sulfate de plomb est transformée
préalablement en sulfate dibasique de plomb, lequel, lavé
30 ou non, est traité, sous agitation, à 10-100°C, avec une

1 solution aqueuse neutre obtenue par la réaction d'un
acide organique ou inorganique avec un hydroxyde ou un
oxyde alcalin, tous deux en quantités stoechiométriques
selon le produit final désiré.

5 6.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PAR-
TANT DE SULFATE DE PLOMB, selon la revendication 1, carac-
térisé en ce que, lorsque l'on désire un sel tribasique de
plomb, une suspension aqueuse de sulfate de plomb est
transformée préalablement en sulfate tribasique de plomb,
10 lequel, lavé ou non, est traité sous agitation, à 10-100°C,
avec une dissolution aqueuse neutre, obtenue par la réac-
tion d'un acide, organique ou inorganique, avec un hydro-
xyde ou un oxyde alcalin, tous deux en quantités stoechio-
métriques selon le produit final désiré.

15 7.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PAR-
TANT DE SULFATE DE PLOMB, selon la revendication 1, carac-
térisé en ce que si le produit final désiré est un mélange
de deux ou plus sels de plomb, neutres ou basiques, orga-
niques ou inorganiques, on utilise tous les procédés
20 décrits dans les revendications précédentes.

8.- PROCEDE D'OBTENTION DE SELS DE PLOMB EN PAR-
TANT DE SULFATE DE PLOMB, selon les revendications 2 et 3,
caractérisé en ce que, si le produit final désiré est un
mélange de deux ou plus sels de plomb neutres ou basiques,
25 organiques ou inorganiques, on utilise les procédés dé-
crits dans les revendications précédentes.

9. Sels de plomb obtenus par un procédé selon l'une
quelconque des revendications précédentes.

10. Procédé et produits en substances tels que
décrits plus haut.

20 JUIN 1979

Bruxelles, le

P.PON. : INDUSTRIAL QUIMICA DE ASUA, S.A.

P.PON. : Cabinet BEDE, R. van Schoonbeek

L. Hendrickx